

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

DIALOG(R) File 347:JAPIO
(c) 1999 JPO & JAPIO. All rts. reserv.

03342739 **Image available**
VENTILATING AND AIR CONDITIONING DEVICE

PUB. NO.: 03-005639 JP 3005639 A]
PUBLISHED: January 11, 1991 (19910111)
INVENTOR(s): ISHIZUKA ICHIRO
APPLICANT(s): MATSUSHITA SEIKO CO LTD [000624] (A Japanese Company or
 Corporation), JP (Japan)
APPL. NO.: 01-138386 [JP 89138386]
FILED: May 31, 1989 (19890531)
INTL CLASS: [5] F24F-003/147; F24F-007/007; F24F-007/08; F24F-007/10
JAPIO CLASS: 24.2 (CHEMICAL ENGINEERING -- Heating & Cooling)
JOURNAL: Section: M, Section No. 1094, Vol. 15, No. 113, Pg. 70, March
 18, 1991 (19910318)

ABSTRACT

PURPOSE: To always perform the ventilation without increasing the cooling or heating load so that the polluted air and pollutant generated in the room may be precluded from proliferating by automatically determining the need for cleaning the circulation air diverted to the heating/cooling section and switching the damper position in accordance with the degree of pollution of circulation air.

CONSTITUTION: The circulation air which is sucked into the suction grills 19a-19f of respective rooms to pass through the circulation duct 18 to the air diverting section 9 of the ventilating and conditioning device 1 is divided into the heating/ cooling section and the ventilating section. When the circulated air directly guided to the heating/cooling section is polluted, the control section 15 controls the actuating section 13 in response to the signal from the sensor 14 to cause the damper 12 to open the air cleaning device 1 and close the bypass duct 11. Therefore, the circulation air passes through the cleaning device 1 and then is blown by the fan 3 to be mixed with fresh air. It is then heated or cooled by the coil 4, and passes through the feed air duct 16 to be delivered into the rooms from the grills 17a-17f to conduct the air cleaning in addition to the full time ventilation and the space heating or cooling.

92 38 40
85 36 33温度でペンタクロルチ
による混和の促進を明かに印機中でブタジエン65重
ル35重量分から成る混合
間及び30分間可塑化すれ
スの方法による塑性係数

2の塑性係数

2.5%ペンタクロル
チオフェノール添加

度	塑性係数	ゴム温度 (℃)
1	370	145
1	310	142

求の範囲

に詳記するように、単に
の塩素原子と1個のフル
所の五置換チオフェノー
をしない或は和硫した天然
ブタジエン重合体に対する
を特徴とする、天然ゴム
ジエン重合物の可塑化方

記

ールを和硫しない天然ゴム
ブタジエン重合体に対する可
成の特許請求の範囲に記載ールを和硫した天然ゴム又
ブタジエン重合体への再生に係
の範囲の記載の方法。

25 H 0

特許公報

昭30-5639

公告 昭 30.8.13 出願 昭 28.5.11 特願 昭 28-8385
優先権主張 1952.5.12 (アメリカ国)

発明者	アーサー、シー、スカ ーレット	アメリカ合衆国ニューヨーク州パツ ファロー、ウインストンロード202
同	アルバート、ハーシバ ーガー	同所
出願人	イー、アイ、デュボン ド、ヌムール、フンド コンパニー	アメリカ合衆国デラウェア州 ウィルミントン
代理人	弁理士 浅村成久	(全9頁)

改良された物理的性質を有するポリエチレンテレ
フタル酸エステル薄膜の製法

図面の略解

第1図は薄膜を成形し且つ縦方向に伸すに適する装置の配列を図示したものである。第2図は薄膜を横方向に伸し且つ加熱し固定する装置の一例を図示したものである。第3図は無定形のポリエチレンテレフタル酸エステル薄膜に対する応力-歪を図表で示したものである。第4図は25℃乃至90℃の範囲の温度に於ける応力-歪の系列を図表で示したものである。第5図はポリエチレンテレフタル酸エステルの薄膜の引き伸した試料の温度に対する複屈折を図示したものである。

発明の詳細なる説明

この発明は改良された物理的性質を有するポリエチレンテレフタル酸エステル薄膜の製造方法に関する。

ポリエチレンテレフタル酸エステルはエチレングリコール及びテレフタル酸の縮合或は成るべくはエチレングリコールとテレフタル酸のチアルキルエステル例へばジメチルテレフタル酸エステルとの間のエステル交換反応によつて製造される。ポリエチレンテレフタル酸エステルの薄膜は熔融した重合体を狭い孔を通して押し出すこと及び重合体を薄膜の形態で冷却することによつて製造される。孔の開口はキャリパーによつて希望する大きさに調整される。このような薄膜は本質的に多数の優れた物理的性質を有する。その優れた性質は非常に多様な用途例へば包装、誘電体のような電気的な用途、保護用の被覆、ガラス代用品に対してその薄膜を有用なものとする。しか

しながら伸張力、衝撃力、屈曲性、水蒸気及び有機質蒸気の透過性及び伸張率のような或種の物理的性質は他の薄膜組成物のそれらの性質に対抗し得ない。この事は多くの用途特に電気工業に於て分子の配列されないポリエチレンテレフタル酸エステル薄膜の広範な使用を禁止するものである。

それ故本発明の目的は物理的、化学的及び電気的な性質の優れた結合を有するポリエチレンテレフタル酸エステルの薄膜を提供することである。他の目的は機械方向及び横方向の両者を測定した時実質上均等な機械的性質を有するポリエチレンテレフタル酸エステルの薄膜を提供することである。更に別な目的はポリエチレンテレフタル酸エステルの薄膜を二つの軸方向に伸す方法を提供することである。なほ他の目的は相当な速度でポリエチレンテレフタル酸エステルの薄膜を二つの軸方向に連続的に伸ばす方法を提供することである。

本発明によればポリエチレンテレフタル酸エステル薄膜の物理的性質は実質上無定形のポリエチレンテレフタル酸エステル薄膜を80℃—90℃の間の温度で2.5倍以上にして3.25倍を超えないで縦に伸ばしその後前記薄膜を95℃—110℃の範囲内の温度で2.5倍以上にして3.25倍を超えないで横に伸ばすことによつて改良され二つの軸方向に伸ばされた薄膜が製造される。

ここで用いられる縦伸しなる言葉は薄膜が最初に伸ばされる方法を意味し横の伸しは第2の方向

の伸しとして示される。薄膜を最初に横方向に伸ばしその後縦の方向に伸ばすことも出来ることは明かであるが薄膜を縦に伸ばすためにロールを使用する時は若し薄膜を最初に横に伸ばすならばロールを過度に長くしなければならない。

上記の温度は薄膜が受ける温度即ち薄膜上の周囲の温度を表す。薄膜内に発生する伸張熱によつて、この操作中の如何なる時期に於ても薄膜の実際の温度は通常その直接周辺の温度より高い。

普通の薄膜押し出し装置及び織成した物質を縦及び横に連続的に伸ばすように設計された普通の装置は前文にその梗概を示した本発明の方法を行うために使用される。本発明の方法を実施するために特に適する装置の普通の配置は図面の第1図及び第2図に記載されている。それらの図面は薄膜の成形及び縦に伸ばす装置(第1図)並びに横に伸ばし且つ加熱一固定する装置の配置を図示したものである。

第1図及び第2図に就いて鎔融したポリエチレンテレフタル酸エステルは60—80℃に維持された冷却ドラムW上に漏斗Vの狭い溝孔を通して上から下に270℃—315℃の温度で押し出される。ドラム表面の線速度は薄膜を押し出す線速度の約1.5—10倍速い。固定した後約20in幅の薄膜Pは事実上二つの主要な部分即ち縦伸し部分及び横伸し部分から成る装置中で初め縦に次で横に連続的に伸ばされる。縦伸し装置は異なる垂直及び水平面内にある並列に配置された19個の水平ロールから成る。A—Eを含む最初の5個のロールは自から遅く駆動するロールであり、1—9を含む次の9個のロールは接近して置かれた自から積極的には駆動しない遊びロールである。そしてF—Jを含む最後の5個のロールは自から速く駆動するロールである。実際の伸しは遊びロール上で行はれ縦伸しの範囲は自から駆動する遅いロールと速いロールとの線速度の差によつて決定される。総てのロールは内部から加熱(示されていないが総ての普通の都合のよい方法で)され80℃—90℃の範囲内通常は85℃—90℃の範囲内に維持される。本発明の方法を説明するために使用される特別な装置に於ては伸しロール中の薄膜の実際の長さは常に約21ftである。この長さは遅いロール、遊びロール及び速いロール上に夫々6ft、9ft及び6ftの長さで分布している。

伸し装置の横に伸す部分に事実上4個の区域に分かれる。その全体は薄膜の両側上に鎖体(リット)に列んだ留の枠を有する枠縁から成る。薄膜が縦伸し部分から現はれる時それは留め枠の平行した枠列10及び11の間に向けられ、留の枠は縦に伸びた、薄膜の端を掴み、そして薄膜を横に伸ばすために外側に動く。最初の区域は縦伸し部分の終りから横伸しが開始する点に至る距離で表される。この区域は薄膜が縦伸し部分から現はれる時の温度を実質上維持するに役立つのであるが下文に於ては予熱区域と称する。

この区域は約10ftの長さでその温度は90℃—95℃の範囲内である。第2の区域は横伸しの開始から終末までの間の部分を表はす。この区域は20ftの長さでその温度は95℃—110℃の範囲内に維持される。第3の区域は下文に於ては加熱固定区域と呼ばれ、この区域に於ては薄膜加熱室12を通過する時150℃—250℃の範囲内の高温に加熱され且つ横の張力を受けた状態に維持される。この加熱一固定区域は20ftの長さである。横伸し部分の最後の区域は大気中に開口し、そして薄膜を漸次冷却するに役立つ。この区域は10ftの長さである。

鎔融したポリエチレンテレフタル酸エステルは成形した薄膜を固定する時実質上無定形(非一結晶性)であるような条件の下で薄膜に成形される。これは前文に記載したように重合体を鎔融した状態から急速に冷却するに充分な程低い温度に維持した成形ドラム上に鎔融物を押し出すことによつて最も都合より達成される。薄膜は縦伸し処理の点までは実質上無定形で留まる。その後結晶度は薄膜が高温に於て伸張処理を受ける時増大しその結晶度は分子の配列度と共に本発明の二つの軸方向に伸す方法の条件に影響を及ぼすものである。一般に薄膜が一層結晶性即ち密度が増大するに従つてこの薄膜を伸すに要する力は実質上無定形の薄膜を伸すに要する力に比較して著しく増大するものである。

既述した形式の装置で連続的にポリエチレンテレフタル酸エステル薄膜を2個の軸方向に伸す際には成るべく薄膜を毎分少くとも400%一般には毎分1000—1500%の範囲内の速度で伸すのがよい。連続方法に於ては薄膜生産速度を高めるために最高の速度が望ましく毎分2000—3000%程度の

高速が本発明の方法に於て使用される方法は速い伸し速度で電氣的性質の最適な組合せを分子の配列されたポリエチレンテレフタル酸エステル薄膜を得るための臨のである。従来記載された伸400%の伸し速度は毎分約15%対し、ここに記載した特別な2000%の伸し速度は毎分約1%

本発明の2軸方向に伸す方限界は主として三つの点を考即ち(1)分子配列の効率(2)(3)ポリエチレンテレフタル酸エステル薄膜の結晶即ち少くとも毎分400%の速レフタル酸エステル薄膜をに必要な一般的な事項として80℃の温度で行はれねばならし工程は伸しに必要な力を最薄膜の破損を避けるために最よりも幾分高温で行はれねば温度は温度によつて最初に誘力学的な量を表したカーブ中る温度を観察することによつは密度線膨脹、比容、比熱、或は温度に対する屈折率を示れる。

一般に重合体固有の粘度に伸しが行はれる上記の最低温度範囲内である。それ故下文に例方向或は縦の伸しは80℃—90℃行はれねばならない。その結する力は実質上最少である。て薄膜は張力を受けた状態のつて均一に引伸ばされる。更薄膜が縦に伸ばされる温度よ於て行はれねばならない。こ向に分子配列されて一層丈夫ためである。結晶が生ずるたすに要する力の総量は増大す温度即ち5℃—20℃高い温度行ふことによつて伸しに要する。

ポリエチレンテレフタル伸す際に薄膜が受ける作用

トに事実上4個の区域に
其の両側に鎖体列に
成る。薄膜が縦伸し部
分は横に伸びた、薄
膜を横に伸ばすために外
伸し部分の終りから横
距離で表される。この区
域は現はれる時の温度を
実であるが下文に於ては予

さでその温度は90℃—95
の区域は横伸しの開始か
表はす。この区域は20fl
—110℃の範囲内に維持
文に於ては加熱固定区域
では薄膜加熱室12を通
過内の高温に加熱され且
に維持される。この加熱
である。横伸し部分の
口し、そして薄膜を漸
の区域は10flの長さであ

テレフタル酸エステル
の時実質上無定形（非一
件の下で薄膜に成形され
たように重合体を溶解し
るに充分な程低い温度に
溶解物を押し出すことに
される。薄膜は縦伸し延
び形で留まる。その後結晶
伸張処理を受ける時増大し
可度と共に本発明の二つの
中に影響を及ぼすものであ
る。結晶性即ち密度が増大す
るに要する力は実質上無定
る力に比較して著しく増大

で連続的にポリエチレンテ
レフタル酸エステルを2個の軸方向に伸す
毎分少なくとも400%一般に
範囲内の速度で伸すのがよ
薄膜生産速度を高めるため
く毎分2000—4000%程度の

高速が本発明の方法に於て使用される。それ故本
発明の方法は速い伸し速度で物理的、化学的及び
電氣的性質の最適な組合せを有する2個の軸方向
に分子の配列されたポリエチレンテレフタル酸
エステル薄膜を得るための臨界条件を明示するも
のである。従来記載された伸張装置に於ては毎分
400%の伸し速度は毎分約15ヤードに相当するに
対し、ここに記載した特別な装置に於ては毎分
2000%の伸し速度は毎分約100ヤードに相当する
。本発明の2軸方向に伸す方法の臨界的な温度の
限界は主として三つの点を考慮して決定される。
即ち(1)分子配列の効率(2)伸しに要する力及び
(3)ポリエステル薄膜の結晶度。利用し得る速度
即ち少なくとも毎分400%の速度でポリエチレンテ
レフタル酸エステル薄膜を連続的に伸ばすため
に必要な一般的な事項として縦の伸しは少くとも
80℃の温度で行はねばならない。そして横の伸
し工程は伸しに必要な力を最少に維持し、そして
薄膜の破損を避けるために最初の伸し工程の温度
よりも幾分高温で行はねばならない。この最低
温度は温度によつて最初に誘導される重合体の熱
力学的な量を表したカーブ中に不連続点が生起す
る温度を観察することによつて定められる。これ
は密度線膨脹、比容、比熱、音波係数初期弾性率
或は温度に対する屈折率を示した図表から観測さ
れる。

一般に重合体固有の粘度によつて最初の方向の
伸しが行はれる上記の最低温度は80℃—85℃の範
囲内である。それ故下文に例示するように最初の
方向或は縦の伸しは80℃—90℃の範囲内の温度で
行はねばならない。その結果薄膜を伸ばすに要
する力は実質上最少である。そしてこの温度に於
て薄膜は張力を受けた状態の下で薄膜の全面に互
つて均一に引伸ばされる。更に第2方向の伸しは
薄膜が縦に伸ばされる温度よりも幾分高い温度に
於て行はねばならない。これは薄膜が機械の方
向に分子配列されて一層丈夫な薄膜となつてい
るためである。結晶が生ずるために第2方向に伸ば
すに要する力の総量は増大する。それ故一層高い
温度即ち5℃—20℃高い温度で第2方向の伸しを
行ふことによつて伸しに要する力は最少に維持さ
れる。

ポリエチレンテレフタル酸エステルの薄膜を
伸ばす際に薄膜が受ける作用を更に深く考慮する

ために無定形のポリエチレンテレフタル酸エス
テル薄膜に対する応力—歪図を表はす第3図を参
照されたい。この図表は下文に示すような多数の
重要な事項を含む。第3図の線図は応力が歪に比
例する勾配の急な直線で始まる。低い伸長率に於
けるこの比率は初期弾性率Mと呼ばれ、薄膜の硬
度の標準である。カーブの方向に於ける突然の変
化は降伏点Ypと呼ばれ、これはその点に於ける
張力及び伸長率に関連して定まる。第2の小ビ
ークが生じ、これは第2降伏点Yp2と呼ばれる。
この点を越えれば薄膜は張力を殆ど或は全く増大
することなく伸長する。この区域の最低張力の強
さを伸しの力SFと称する。薄膜が伸すことに對
して抵抗し初める点を増力点RP点と呼ぶ。最後
にカーブの終りに於て伸張力T及び破壊伸長Eが
存在する。カーブの下方の空地は伸しに要する仕
事WSを表はす。

80℃以下の種々な温度に於て無定形のポリエチ
レンテレフタル酸エステル薄膜を伸すに要する
仕事を確めるために一連の応力—歪図がこれらの
資料を得るために図示される。第4図は25℃乃至
90℃の範囲の温度に於ける一連の応力—歪図であ
る。表Iは第4図を図表で示すために使用された
資料の表である。その中には図表から得られた種
種な資料も含まれてゐる。

表 I

無定形の未だ伸されないポリエチレンテレフ
タル酸エステルの有する応力—歪に対する
温度の影響

温 度 ℃	率 Psi	降伏点 の張力 Psi	伸す力 Psi	3倍伸すた めの仕事 (inlb _s /in ²)
25	280000	8800	5600	12000
40	208000	7600	5200	10700
50	208000	6800	4700	—
60	208000	6200	4000	7500
66	196000	4000	2500	—
74	160000	2400	1230	—
80	66000	1440	685	872
85	13000	650	650	530
90	1000	200	200	320
95	960	150	150	—
100	820	160	130	—
120	450	60	—	—

第4図の応力—歪図に示されるように無定形のポリエチレンテレフタール酸エステルの薄膜は80℃—85℃以下の温度に於て均一には引き伸ばされない。これは張力が縦方向に加へられた時一つの横線から引き伸ばされ、その作用が薄膜の全表面に互つて均一でないことを意味する。これは25℃40℃及び60℃に於ける応力—歪図中に示されてゐる。これらの温度に於ては第2の降伏点が現はれ張力は高荷重値まで殆ど直線状に増大し急に約25%減少し、その後鋭く再び増大し、そして最後に或る一定の高さまで減少し、この高さに於ては殆ど或は全く荷重の変化なしに伸張される。第2の降伏点は引き伸しの第2の線を形成するためであると信じられてゐる。更に表1は無定形のポリエチレンテレフタール酸エステルの薄膜を80℃—90℃の範囲内の温度で伸すに要する仕事の最少量を明瞭に示す。

本発明の方法の第1方向(縦方向)の伸し工程に於て前述の説明はポリエステル薄膜を伸すに要する仕事に対し温度の影響を考慮すべきことを示唆する。無定形の薄膜を伸すためには80℃—90℃が最適である。種々な伸し温度に於ける分子配列の効率も亦最適な物理的・化学的及び電気的性質の組合せを有する二つの軸方向に伸された薄膜を製造するためには臨界的な要素である。X—線廻折、偏向赤外線吸収、水中に於ける膨潤、熱による収縮粘性性或は伸張率のようなMD(機械方向)及びTD(横方向)の物理的性質の比較及び複屈折率の測定のような種々の技術がポリエステル薄膜の分子配列の測定に使用される。ポリエチレンテレフタール酸エステル薄膜の分子配列の測定には複屈折率の測定が選れる。複屈折率は無単位の数であり、分子配列の軸に平行方向と垂直方向の膜の屈折率の差異から直接測定される。分子の配列されたポリエチレンテレフタール酸のような複屈折を起す薄膜が分子配列の軸(例へばシート面への垂線)に垂直に当る平面偏光の磁束を通す時にその光線は互に直角に偏向された2個の磁束に分かれ、その一方は他方よりも早く進む。それらの線束が薄膜から出る時その一方が他方より先に進んだ距離は試料の遅れ(通常ミリマイクロンで表す)として知られ、それは薄膜の厚さ及び複屈折率 D_n に関する方程式によつて表される。

遅れ=厚さ×複屈折率

厚さは容易に測ることが可能であり遅れは目盛のある石英楔のような補整器によつて測定される。

複屈折率は分子配列の程度を直接測るものであるから伸ばされたポリエチレンテレフタール酸エステルの試料の分子配列は25℃から120℃までの引き伸し温度に対する複屈折率を表示することによつて種々な引き伸し温度に於て測定される。複屈折率の値が高ければ高い程分子の配列度は大きいことを諒解すべきである。第5図は一方に3.5倍引き伸ばされたポリエチレンテレフタール酸エステル薄膜の試料(厚さ0.002in)の引き伸し温度に対する複屈折率の図表である。薄膜試料は長さ6in幅10inであつた。そして示した種々な温度で引き伸した後複屈折率の測定は試料の中心部分で行はれた。薄膜は比較的低温に於てはよく引き伸されなかつたので25℃及び50℃で伸されるべき試料はその伸長性を増すために最初120℃で15秒表加熱され、その後空気で冷された。

第5図に示されるように温度が明かに80℃—85℃を超える時分子配列の能率は急速に低下する。それ故無定形のポリエチレンテレフタール酸エステル薄膜を伸すに要する仕事の量に関する前述の考慮を綜合して80℃—90℃の範囲内の温度が最初の方或は縦方向の伸しに最適である。好ましい温度は約85℃である。

一般にポリエチレンテレフタール酸エステル薄膜が最初或は縦方向に伸される温度範囲に関して90℃以上の温度に於て伸すことは実質上分子配列を起す結果とならない。他方80℃以下の温度で伸すことは引き伸しが種々な分界線から起るといふ事実から見て実質上不均一な分子配列を生ずる結果となる。そして薄膜の全横断面積に互つて均一には伸されない。

一方だけに伸したポリエチレンテレフタール酸エステル薄膜を横方向に伸すことに関して考慮すべき主要素は(1)第2方向に薄膜を伸すに要する仕事及び(2)薄膜が結晶する度である。実際には薄膜が一層結晶すればする速程第2の方向に伸すに要する仕事は小さくなるのであるからこれらの要素は直接結び附いたものである。更に最初の方或は縦方向に伸した後に薄膜に附与された分子配列の程度も亦第2の方向に薄膜を伸すに要する仕事の量を増大する。それ故第2の方或は横方向に伸

す間薄膜の温度を上昇するどなくする外に必要とするに役立つ。

縦方向に3倍伸した薄膜は一般に薄膜が約10—14%す。更にポリエチレンテレフタール酸を両方向に3倍伸ばしたてゐる。そして200℃附近程によつて約40—42%結晶する。

ポリエチレンテレフタール酸に曝露する時結晶が始まり附近にまで上昇するにつ明かに200℃以上に上昇すると同様に再び減少する。と一方或は両方向に伸すポリエステル薄膜の結晶度

本発明の温度条件の下で以上の範囲に伸ばした(少し速度で)釣合のとれた薄膜を縦方向に約3.25倍以上起るために薄膜を破損する。摘したように第2方向の伸薄膜が分子配列されてゐるために縦方向の伸しよならない。それ故薄膜を伸を使用することによつて最終に3.25倍以上ポリエチレンテレフタール薄膜を伸す際の結晶度結晶度よりも高い。

それ故実用される速度即で連続的に伸し、縦横の釣ためには薄膜を縦方向に3.25倍伸ばす。その理由は詳述し件の下でさへも薄膜を横方向に伸ばすれば薄膜の破損が起る。

横方向に伸す際に温度を急遽な結晶を著しく薄膜の破損する可能性を増し薄膜を伸すに要する仕事上横方向に伸す際には縦方向に伸す相当量の無定形の重上の温度で横に伸すことは列を伴はないで伸長する結

が可能であり遅れは目盛器によつて測定され

度を直接測るものであり、
レンテフタル酸エステル
25℃から120℃までの
折率を表示することに
に於て測定される。複
程分子の配列度は大き
る。第5図は一方に
エチレンテレフタル
厚さ0.002in)の引き伸
図表である。薄膜試料
。そして示した種々な
伸率の測定は試料の中心
比較的低温に於てはよく
5℃及び50℃で伸される
伸すために最初120℃で
窒気で冷された。
この温度が明かに80℃—85
℃伸率は急速に低下する。
レンテフタル酸エス
テルの量に関する前述の
温度の範囲内の温度が最初
に最適である。好ましい

レンテフタル酸エステル薄
膜の伸される温度範囲に關して
示すことは実質上分子配列
他方80℃以下の温度で伸
される分界線から起るといふ
ような分子配列を生ずる結
果全横断面に亘つて均一

ポリエチレンテレフタル
酸に伸すことに関して考慮
2方向に薄膜を伸すに要す
る温度である。実際には
伸す速度第2の方向に伸す
なくなるのであるからこれ
いたものである。更に最初
膜に附与された分子配列の
薄膜を伸すに要する仕事の
第2の方向又は縦方向に伸

す間薄膜の温度を上昇することは薄膜の破損を殆ど
なくする外に必要な仕事を最少に維持する
に役立つ。

縦方向に3倍伸した薄膜の密度を測定した結果
は一般に薄膜が約10—14%結晶してゐることを示
す。更にポリエチレンテレフタル酸エステル薄
膜を両方向に3倍伸ばした後は約20—25%結晶し
てゐる。そして200℃附近に於ける加熱—固定工
程によつて約40—42%結晶した最後の薄膜を得
る。

ポリエチレンテレフタル酸エステル薄膜を高
温に曝露する時結晶が始まり結晶度は温度が200
℃附近にまで上昇するにつれて増大する。温度が
明かに200℃以上に上昇する時結晶度は低温に於
けると同様に再び減少する。更に高温に曝すこと
と一方向又は両方向に伸すこととの組合せは一層
ポリエステル薄膜の結晶度を増加する。

本発明の温度条件の下で両方向に於て約3.25倍
以上の範囲に伸ばした(少くとも毎分400%の伸
し速度で)釣合のとれた薄膜を製造する試みは薄
膜を縦方向に約3.25倍以上伸す時は高度の結晶が
起るために薄膜を破損する結果となる。上文に指
摘したように第2方向の伸しに対する温度条件は
薄膜が分子配列されてゐるばかりでなく結晶して
ゐるために縦方向の伸しよりも一層高くなければ
ならない。それ故薄膜を伸すに要する仕事は高温
を使用することによつて最少に維持される。縦方
向に3.25倍以上ポリエチレンテレフタル酸エス
テル薄膜を伸す際の結晶度は3倍に伸した薄膜の
結晶度よりも高い。

それ故実用される速度即ち少くとも毎分400%
で連続的に伸し、縦横の釣合つた薄膜を製造する
ためには薄膜を縦方向に3.25倍以上伸すことは出
来ない。その理由は詳述したような最適な温度条
件の下でさへも薄膜を横方向に同じ程度に伸そう
とすれば薄膜の破損が起るからである。

横方向に伸す際に温度を110℃以上に上昇する
ことは急速な結晶を著しく促進し、これによつて
薄膜の破損する可能性を増大するに加へて横方向
に薄膜を伸すに要する仕事の量を増大する。その
上横方向に伸す際には縦方向に伸した薄膜中に存
在する相当量の無定形の重合体がある。110℃以
上の温度で横に伸すことは認め得る程度の分子配
列を伴はないで伸長する結果となり、これは殆ど

完全に無定形なまだ伸されない重合薄膜を90℃以
上の温度で縦方向に伸すのと同じ作用を与える。
それ故95℃—110℃の温度範囲は一様な平面上
(uni plan arity)の点に二軸方向に分子の配列さ
れた縦横の釣合のとれた薄膜を製造するためには
臨界的なものである。例へばこの形式の分子配列
は卓面上のその卓面に平行した最長の方向で一群
の鉛筆を置き総ての商品マークを上向けにするだ
けでそれ以外は一樣に配列されてゐないようなも
のと類似してゐる。

二軸方向に分子の配列されたポリエチレンテレ
フタル酸エステル薄膜の熱—老化性を測定する
ことは175℃までの高温に曝す際の脆弱化に抗す
るためにはその重合体の薄膜が相当程度に分子配
列されねばならないことを指示するために有用で
ある。二軸方向に2倍及び二軸方向に2.5倍伸ば
された分子の配列されたポリエチレンテレフタル
酸エステル薄膜は夫々(実験は0.001inの薄膜
で行はれた)二軸方向に3倍伸ばされた0.001in
のポリエチレンテレフタル酸エステル薄膜の伸
長率に於ける最低の減少と比較する時伸長率に於
て急速な減少を受ける。例へば175℃に250時間曝
露した後二軸方向に2倍伸したポリエチレンテレ
フタル酸エステル薄膜の伸長率は二軸方向に3
倍伸した薄膜の伸長率に於ける30%の減少と比較
して約83%低下するに對し、二軸方向に2.5倍伸
した薄膜の伸長率は53%低下する。更に175℃に
500時間曝した後二軸方向に2倍及び2.5倍伸した
ポリエステル薄膜は夫々約98%及び92%に達する
伸長率の減少を受けるに對し、二軸方向に3倍伸
した薄膜の伸長率の減少は元の伸長率の僅か約
50%に達するに過ぎない。これらの比較するため
の数字を得るために用ひられる測定は24℃で35%
の相対湿度で行はれた。このような熱—老化性は
二軸方向に3倍に伸したポリエチレンテレフタル
酸エステル薄膜の最初の優れた物理的性質と共に
伸しの範囲といふ言葉で表現されるような必要
とする分子配列度に関する下の限界を設定するに
役立つ。かくしてポリエチレンテレフタル酸エ
ステル薄膜の一般的な用途、特に電氣的な用途に
關しては二軸方向に少くとも2.5倍及び成るべく
は二軸方向に3倍に伸した薄膜が良好な誘電体即
ち電氣的、物理的及び化学的性質に必要な総ての
適応性に関して優れたものであり、且つ温度湿度

等の種々な条件の下に於てこれらの性質をよく発現するものである。

この発明の方法によつて製造された二軸方向に配列され(両方向に3倍伸ばされた)加熱—固定されたポリエチレンテレフタール酸エステル薄膜は約40—42%が結晶である。即ち1cc当り1.39—1.40gの密度を有する。結晶の総量のほゞは加熱—固定工程即ち横の張力を受けてゐる間に150—250℃の範囲内の温度に短時間曝す間に生ずる。二軸方向に分子の配列された薄膜の結晶は加熱—固定に好ましい温度即ち200℃附近で急速に生ずる。二軸方向に伸ばした(両方向に3倍)ポリエチレンテレフタール酸エステル薄膜の結晶性はほゞ5—10秒で20%から約40%増大する。速い速度で伸すことが望ましいのであるから、前文に記載した装置の200℃に維持された加熱—固定帯の長さは充分な加熱—固定が最高の実用的な伸し速度で行はれるように設計される。一般に前文に述べた普通の包装、電気的用途その他の大多数の用途に対して好ましい二軸方向に分子配列された釣合のとれた薄膜は両方向に3倍伸ばされ且つ200℃附近で加熱—固定されたものである。本発明の方法によつて製造されたこの薄膜は大約40%が結晶であり、二色比は実質上1で薄膜は高度に透明である。他方40—42%程度結晶した伸されない薄膜は不透明である。

一般に釣合のとれた薄膜は両方向に同じ程度例へば二軸方向に3倍伸ばされたものである。このことは伸されない薄膜の長さ幅及び厚さの中の一員が他の元が伸されてゐる間実質上一定に保持されるように見せかけるものである。或種の物理的性質を測定する際に避けることの出来ない誤差の範囲を除いて釣合のとれた薄膜の物理的性質は両方向に於て実質上同一である。他方二軸方向に伸ばされた釣合のとれた薄膜の分子配列度も亦両方向に於て実質上同一である。これは二色比(薄膜の機械方向に夫々平行及び垂直な偏光振動の方向に対する赤外線吸収の比率)を算定することによつて決定される。釣合のとれた薄膜は1.00の二色比を有する。例へば一方向に伸ばされた薄膜((機械方向に3倍)(MD))は2.93の二色化を有する。他方横方向の張力を受けてゐる間に加熱—固定された二軸方向に伸ばされた(3倍)ポリエチレンテレフタール酸エステル薄膜(ここに記載した)で伸し

た)の試料は1.17の二色比を示しこれは完全に釣合のとれたシートにほゞ近いことを示す。しかしながら本発明を説明する際実質上両方向に同じ程度に本文記載の装置及び方法で伸ばされた薄膜は一に近い二色比を有し、縦及び横の両方向で測定する時実質上同一の物理的性質を有する。そしてこれは釣合のとれた薄膜に属するものである。

釣合のとれた薄膜の改良された機械的な性質は非常に薄い薄膜例へば0.0001in—0.0025inの場合に明瞭に示される。これらの非常に薄い薄膜の強靱性及び一般の耐久性は高度に優れたものでありそして0.00025in附近の薄膜は誘電体としての広範な用途の外に軽い包装用に非常に多く使用される。0.00025inの薄膜の屈曲性の寿命は0.0005inの薄膜のそれより約3倍長く0.001inの薄膜のそれより約5倍長い。一般に二軸方向に分子の配列されたポリエチレンテレフタール酸エステル薄膜の優れた伸張力に加へてこの個有の性質は上記の用途に対する二軸方向に分子の配列されたポリエステル薄膜の広範な適応性を提供するものである。

両方向に約3倍伸ばされた薄膜が物理的、化学的及び電気的性質の実質上最適な組合せを有することの更に明かな証拠は二軸方向に2.5倍以下に伸ばされたポリエチレンテレフタール酸エステル薄膜が本発明の方法に従つて伸した後屢或る種の不規則性を示すことである。これらの不規則性は透明な薄膜中に細かいひび或は白い区域を形成して現はれる。そしてこれらは本発明の加熱—固定工程の後に発現するように思はれる。

次の例はこの現象を説明するに役立つ。

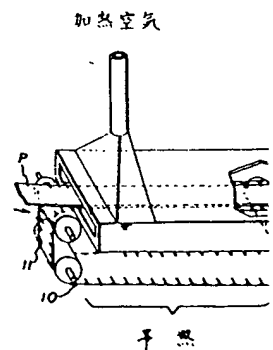
無定形のポリエチレンテレフタール酸エステル薄膜を前文に記載した伸し装置中で処理し、薄膜を80℃乃至90℃の温度で縦方向に1.8倍伸す。その後薄膜は90℃—95℃の間の温度で予熱帯に送られ、それから後薄膜は横方向に連続的に3.0倍伸ばされる。最後に二軸方向に伸ばされた薄膜は横の張力を受けてゐる間に約150℃で加熱—固定される。伸ばされない薄膜の厚さは約0.010inであり得られる伸ばされた薄膜は約0.001inである。加熱—固定工程の結果として種々な不規則な個所が細いひび或は白い斑点の形で薄膜中に形成される。これは薄膜全体の透明度を損じ、これらの区域中に不均一な結晶が生ずるためであつて信じられて

ゐる。

前文に記載した方法と同じポリエチレンテレフタール酸(0.050in)を両方向に2.5の温度で加熱—固定した。或は白い斑点の形で2.3のた。しかし単位面積当りの数は前の例の薄膜中の幾般に両方向に2.5倍以上の範囲内で加熱—固定された規則な個所の形成は現れた。

特許請求

本文に詳記するようにポリエチレンテレフタール酸エステル間の温度に於て2.5以上で縦に伸ばしその後95℃に於て2.5以上にして3薄膜を横に伸ばして二軸製造しそして前記二軸方向1—250℃の範囲内の温度1とを特徴とするポリエチ



七を示しこれは完全に釣り合いを示す。しかし、実質上両方向に同じ方法で伸された薄膜は、及び横の両方向で測定する性質を有する。そしてこれに属するものである。

良された機械的な性質は $0.001\text{in} - 0.0025\text{in}$ の場合の非常に薄い薄膜の強高度に優れたものであり、薄膜は誘電体としての応用に非常に多く使用される。屈曲性の寿命は 0.0005in 長く 0.001in の薄膜のそれに二軸方向に分子の配列。フタル酸エステル薄膜のこの個有の性質は上記の分子の配列されたポリエチレンテレフタル酸エス

た薄膜が物理的、化学的最適な組合せを有すること軸方向に 2.5 倍以下に伸。フタル酸エステル薄膜伸した後層或る種の不規則。これらの不規則性は透明には白い区域を形成して現。本発明の加熱一固定工程はされる。

明するに役立つ。
フタル酸エステル薄膜装置中で処理し、薄膜は縦方向に 1.8 倍伸す。その間の温度で予熱帯に送り、横方向に連続的に 3.0 倍伸。横方向に伸された薄膜は横の約 150°C で加熱一固定され、厚さは約 0.010in であり、約 0.001in である。加熱後種々な不規則な個所が形成され、薄膜中に形成される。度を損じ、これらの区域中るためであると信じられて

ある。

前文に記載した方法と同様な方法で無定形のポリエチレンテレフタル酸エステル薄膜（厚さ 0.050in ）を両方向に 2.5 倍伸し、そして約 200°C の温度で加熱一固定した。この薄膜も亦細いひび或は白い斑点の形で 2.3 の不規則な個所を示した。しかし単位面積当りのこれらの不規則な個所の数は前の例の薄膜中の数より明かに少ない。一般に両方向に 2.5 倍以上伸され且つ $150^\circ\text{C} - 250^\circ\text{C}$ の範囲内で加熱一固定された薄膜ではこれらの不規則な個所の形成は現れない。

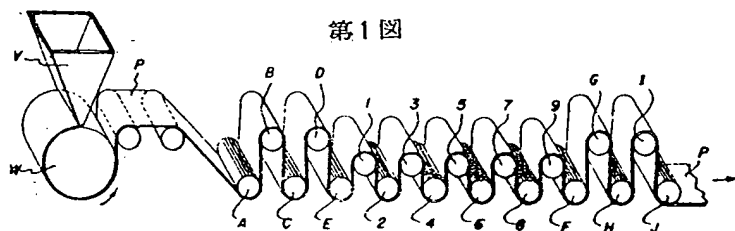
特許請求の範囲

本文に詳記するように実質上無定形のポリエチレンテレフタル酸エス

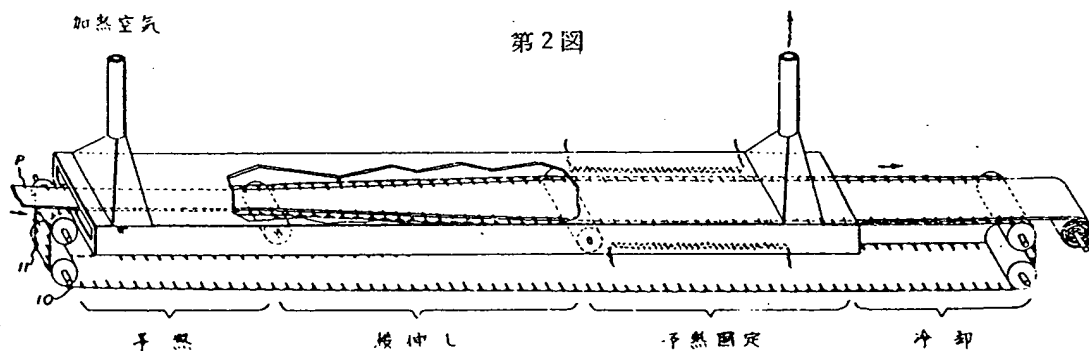
テル薄膜の物理的性質を改良する方法。

附 記

- 1 縦方向に伸ばした薄膜を横に伸ばす前に $90^\circ\text{C} - 95^\circ\text{C}$ の間の温度に予熱する特許請求の範囲記載の方法。
- 2 加熱固定する間薄膜を横方向に張力を受けた状態に維持する特許請求の範囲記載の方法。
- 3 薄膜が縦及び横方向の各々に於て 2.5 倍乃至 3.25 倍に伸ばされる特許請求の範囲並びに附記第 1 項及び第 2 項の何れかに記載する方法。
- 4 薄膜を縦及び横方向の各々に於て実質上同一範囲に伸ばす特許請求の範囲並びに附記第 1 項乃至第 3 項の何れかに記載する方法。
- 5 実質上無定形のポリエチレンテレフタル酸エス
- 6 薄膜を少くとも毎分 400% の速度で縦及び横方向に連続的に伸ばす附記第 5 項記載の方法。



第 1 図

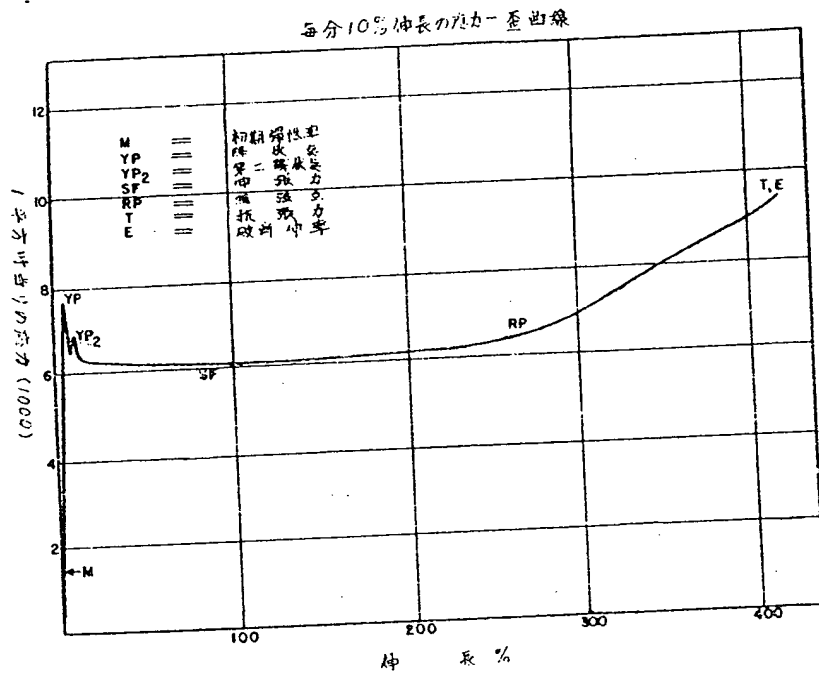


第 2 図

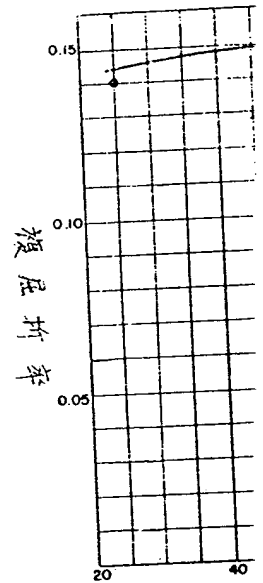
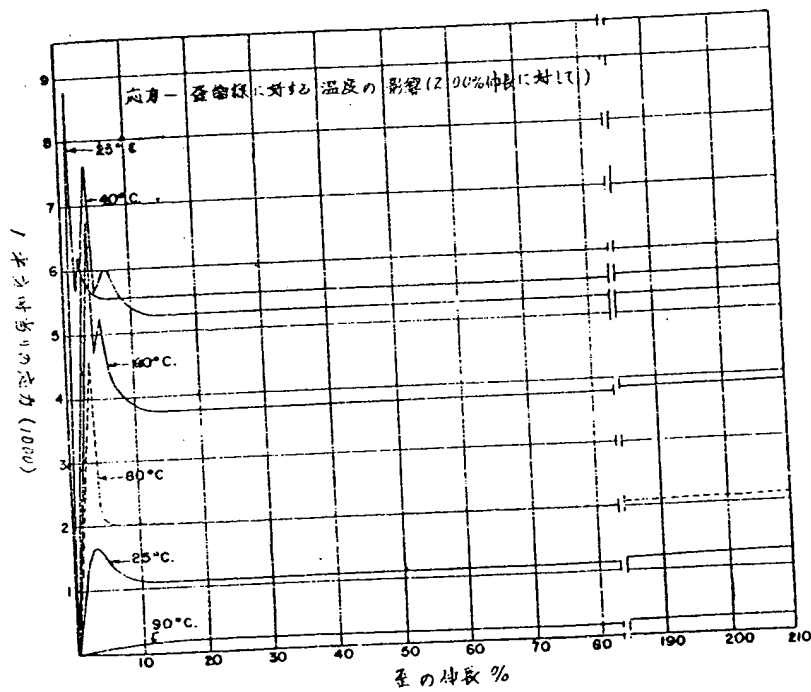
(8)

特許出願公告
昭30-5639

第3図



第4図



第5圖

